

POLYMERIZATION OF PROPYLENE

Patent Number: JP61089211
Publication date: 1986-05-07
Inventor(s): ASANUMA TADASHI; others:
Applicant(s): MITSUI TOATSU CHEM INC
Requested Patent: ☐ JP61089211
Application JP19840210454 19841009
Priority Number(s):
IPC Classification: C08F10/06; C08F2/02
EC Classification:
Equivalents: JP1906197C, JP5019561B

Abstract

PURPOSE: To produce the titled homogeneous polymer, continuously, by using propylene as liquid medium, detecting the amount of slurry in the tank reactor with a pressure-gauge level meter and the amount of polymerized monomer by the quantity of generated heat, and carrying out the bulk-polymerization under definite conditions by controlling the extraction of the product and the feed of the raw material.

CONSTITUTION: Polypropylene is produced by the continuous bulk polymerization of propylene with a tank reactor using propylene itself as the liquid medium. In the above process, the amount of the slurry in the tank reactor 1 is detected by the pressure-gauge level meter 5, and the extraction of the slurry is controlled by controlling the openings of the valves 6-2 and 6-3 in a manner to keep the amount of the slurry at a constant level. The quantity of heat generated by the polymerization is detected at the heat removed by the jacket 3 and the cooling condenser 21. The amount of the produced polymer is calculated from the polymerization heat, and the polymerization reaction is carried out while controlling the feeding rate of the liquid propylene by the valve 6-4 in a manner to keep the slurry concentration in the tank reactor 1 to a constant level according to the calculated amount of the produced polymer.

Data supplied from the esp@cenet database - 12

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭61-89211

⑬ Int. Cl.⁴

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和61年(1986)5月7日

C 08 F 10/06
2/02

7102-4J

審査請求 未請求 発明の数 1 (全4頁)

⑮ 発明の名称 プロピレンの重合方法

⑯ 特 願 昭59-210454

⑰ 出 願 昭59(1984)10月9日

⑱ 発 明 者 浅 沼 正 高石市取石3-4-1-133

⑲ 発 明 者 藤 隠 一 郎 高石市取石3-4-1-144

⑳ 発 明 者 内 川 進 隆 高石市東羽衣6-21-4

㉑ 出 願 人 三井東圧化学株式会社 東京都千代田区霞が関3丁目2番5号

明 細 書

1. 発明の名称

プロピレンの重合方法

2. 特許請求の範囲

- 1) プロピレン自身を液状媒体とする塊状重合法で槽形反応機を用いて連続的にプロピレンを重合してポリプロピレンを製造する方法において、圧力式レベル計で検知された槽形反応機内のスラリー量が一定となるようスラリーの抜き出し量を制御し、しかも発熱量で検知された重合量によつて槽形反応機内のスラリー濃度が一定となるように液状プロピレンの装入量を制御することを特徴とするプロピレンの重合方法。
- 2) 連続的重合を1槽以上の槽形反応機を連結した反応機で行う特許請求の範囲第1項記載の方法。

3. 発明の詳細な説明

産業上の利用分野

本発明はプロピレンの重合方法に関する詳しくはプロピレン自身を媒体とする塊状重合法でスラリー濃度及びスラリー液面一定で槽形反応機を用

いて連続的にプロピレンを重合する方法に関する。

従来の技術

プロピレンを重合するに際し、プロピレン自身を媒体とする塊状重合法で重合する方法は古くから知られており、又、プロピレンを工業的規模で重合してポリプロピレンを槽形反応機を用いて連続的に重合することもよく知られている。

槽形反応機を用いて連続的に重合するに際しては一般に気相部がある条件でスラリーレベルが一定となるように差圧式レベル計であるいは必要に応じて上部からの挿入位置の異なる温度計を用いどの位置に挿入した温度計がスラリーと接触しているかを温度計の指示値で知ることによって槽形反応機への装入量及び排出量を制御して重合反応を行っている。

発明が解決しようとする問題点

しかしながら上記差圧式レベル計による方法はスラリー濃度が一定に保たれているという前提が必要であり、不活性化化水素を用いて一定プロピレン分圧で重合する方法では重合圧力を一定に保

つために装入するプロピレンの量を検知し、それが一定になるように触媒の装入量を変動すること
で重合量を一定に保つことが可能であるが塊状重
合法では媒体がプロピレンであり上記制御法は採
用できない。又、温度計による方法では気相に出
ている温度計を常に低温の液状媒体でフラッシン
グしている必要があるが、塊状重合法では液状媒
体はプロピレンであり重合してつまりを生ずるこ
とが多く特に工業的規模での長時間の運転には不
適当である。

スラリー濃度による補正を行わず単に差圧式レ
ベル計で検知された見かけの液面高さを一定保つ
制御を行うと濃度によつては検知された液面高さ
が限界を超え滴液或はスラリーの排出が困難なま
で液面高さが低下してしまい場合によつては運転
を停止しなければならなくなる可能性があつた。
又、例えば特開昭57-145133号で示された
ような連続一回分の組み合わせでブロック共重合体
を製造する際には、後段の回分重を行う重合槽へ
のスラリーの移送が定量的に行われなため得ら

本発明において、上記プロピレンを重合するに
際して使用する触媒としては公知のものが使用可
能であり、特に限定はない。即ち通常使用される
遷移金属化合物と有機金属化合物からなる触媒系
であり、具体的にはチタンのハロゲン化物或はそ
れをハロゲン化マグネシウム、シリカ、アルミナ
などの担体に担持したものが遷移金属化合物とし
て使用可能であり、有機アルミニウム、有機マグ
ネシウムなどが有機金属化合物として使用できる。

本発明の態様を図面を用いて説明する。図面に
簡略のため1槽のみを示している。重合反応槽1
が多槽を連結した反応機の第1槽であればライン
7-1は触媒の装入ラインである。以下の説明は
重合槽1が第2槽以降の重合槽として説明する。
前段の重合槽からのスラリー(一定のスラリー濃
度に制御されている。)はライン7-1より弁6
-1を経て重合槽1に装入される。追加のプロピ
レンはライン7-4より弁6-4を経て装入され
る。重合槽1からのスラリーはスラリーポンプ4
により昇圧され1部は弁6-2ライン7-2より

れるブロック共重合体の物性が大きく変動する問
題があつた。

発明の目的

本発明の目的は、プロピレン自身を液状媒体と
する塊状重合法で槽形反応機を用いスラリー濃度
及びスラリーの液面高さ一定でプロピレンを重合
する方法を提供することにある。

問題点を解決するための手段

本発明はプロピレン自身を液状媒体とする塊状
重合法で槽形反応機を用いて連続的にプロピレン
を重合してポリプロピレンを製造する方法におい
て、圧力式レベル計で検知された槽形反応機内の
スラリー量が一定となるようスラリーの抜き出し
量を制御し発熱量と検知された重合量によつて槽
形反応機内のスラリー濃度が一定となるようにプ
ロピレンの装入量を制御することを特徴とするプ
ロピレンの重合方法である。

本発明においてプロピレンの重合とはプロピレ
ンの単独重合のみならずプロピレンとブテン-1
エチレン、ヘキセン-1などとの共重合をも含む。

重合槽1にもどり一部は弁6-3、ライン7-3
より後段の重合槽へ送られる。

次に重合熱除去及び重合熱の検知法を説明する。
重合熱はジャケット3及びプロピレン蒸気の冷却
コンデンサー2によつて除去される。重合温度の
制御はジャケット3に導入する冷却水及び冷却コ
ンデンサー2に導入する冷却水の水量で行われ、
通常の制御法で内温に依じた冷却水が導入される
ように行われる。この時制御性の点からは、例え
ばジャケット3へ導入される水量(或は逆に冷却
コンデンサー2に導入される水量)が一定になる
ようにしておき冷却コンデンサー2に導入される
水量(或は逆にジャケット3へ導入される水量)
を内温に依じて制御することで行うのが好ましい。
温度一定になるように制御された系では重合熱は
上記ジャケット3及び冷却コンデンサー2により
除去された熱量に相關した値として与えられる。
即ちすべての重合熱がジャケット3及び冷却コン
デンサー2により除去されるわけではなく、重合
槽、配管による放熱がありこの放熱は外温、風、

雨などの外的条件により大きく変動するため、できるかぎり外的条件による影響を受けないよう保温を行うことが望ましい。除去された熱量は具体的にはジャケットへの導入水の量及び温度及び導出水の量及び温度をそれぞれ θ 、 e で検知する。又、冷却コンデンサーによる除去された熱量は、冷却コンデンサーへの導入及び導出水の量及び温度をそれぞれ b 、 a により検知される。又、冷却コンデンサーによる除去された熱量は、冷却コンデンサーで凝縮された液の量及び温度(c により検知)非凝縮ガスの量及び温度、冷却コンデンサーに導入されるガスの量及び温度(それぞれ d 、 i で検知)によつても算出される。

冷却コンデンサーにより除去された熱量は、プロピレンの重合においては水素によつて分子量を制御すること、及び他の沸点、比熱、潜熱の異なるモノマーを使用する場合が多いことから系に応じた補正値を見い出しておけば冷却コンデンサーへの導入及び導出水の量により算出することで正確に定めることが可能な場合が多い。

量 M_1 を用いて M の値が定められる。即ち

$$c = \frac{M_1 \times C_1 + W}{M_1 + M} \text{ と表わすことが}$$

できるから装入モノマー量は

$$M = \frac{M_1 \times C_1 - M_1 \times C + W}{c} \text{ と表わ}$$

すことができる。

従つて各槽のスラリー濃度を一定にするのであれ、変えるのであれ、重合熱から算出された重合量に従つて、モノマーの装入量を制御することでスラリー濃度を一定とすることができる。

発明の効果

本発明の方法でプロピレンの重合を実施することにより一定のスラリー濃度でしかも一定のスラリー液面高さでプロピレンを重合することができる。特に連続重合部の後段で回分重合を行つて、ブロック共重合体を製造するプロセスでは、回分重合部に一定のスラリー濃度のスラリーを送ることが可能になるため、ブロック共重合体の品質を一定にすることが可能となり工業的価値が高い。

一方重合槽1のスラリーの液面に相関した値として差圧式レベル計5で検知された圧力差が与えられる。本発明においては圧力差が一定となるようスラリーの抜き出し量即ち弁6-2、弁6-3の弁開度を変えることで行う。同時に上記方法で算出された重合量に従つてスラリー濃度が一定となるように制御が行われる。

最も単純には連結された重合槽がすべて一定の濃度で運転が行われるケースであり、この場合は導入すべき単位時間当りのプロピレン量 M は単位時間当りの重合量 W に応じて所望のスラリー濃度 c としモノマーの密度 d_1 、ポリマーの密度 d_2 とすれば $M=W/c$ で与えられる。

多槽連続重合で各槽のスラリー濃度を変えて重合する場合には重合反応槽1へのスラリーの装入量及び濃度を用いて上記式を変える必要があるが各槽を重合反応槽1と同様の制御を行うことにより重合反応槽1に導入されるスラリー量は、前段の重合槽の所望のスラリー濃度 C_1 及び第1重合槽から前段の重合槽までに装入されるプロピレン

即ち回分重合部に受け入れたレベル計で検知されたスラリー量により濃度が一定であるからポリマー量を正確に知ることが可能であり、そのポリマー量に応じて回分重合部で重合すべき重合量を定めることができるからである。

4.図面の簡単な説明

図面は本発明の方法を実施するための重合反応槽の一例を示す図面である。

図 面

